

(P)

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-227171

(43)Date of publication of application : 03.09.1996

---

(51)Int.Cl. G03G 9/08  
G03G 9/087

---

---

(21)Application number : 07-339899	(71)Applicant : CANON INC
(22)Date of filing : 05.12.1995	(72)Inventor : INABA KOJI ISHIYAMA TAKAO NAKAMURA TATSUYA CHIBA TATSUHIKO

---

## (30)Priority

Priority number : 06329298 Priority date : 05.12.1994 Priority country : JP

## (54) TONER FOR DEVELOPING ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a toner excellent in transferability and cleanability, less liable to the deterioration of additives and excellent in durability after use in repeated many times.

CONSTITUTION: This toner consists essentially of toner particles having 1-9  $\mu$  m wt. average particle diameter, inorg. fine powder made hydrophobic and having 10-90nm average particle diameter and fine silicon compd. powder made hydrophobic. The average particle diameter of the silicon compd. powder is 30-120nm and the powder contains silicon compd. particles each having 5-30nm particle diameter by 15-45% by number, silicon compd. particles each having 30-60nm particle diameter by 30-70% by number and silicon compd. particles each having  $\geq$ 60nm particle diameter by 5-45% by number.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 28.10.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3323722

[Date of registration] 28.06.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

特開平8-227171

(43) 公開日 平成8年(1996)9月3日

(51) Int. Cl. G03G 9/08 9/087	識別記号 G03G 9/08	庁内整理番号 P1 G03G 9/08	技術表示箇所 375 366 371 374
審査請求 未請求 請求項の数23 FD (全 27 頁) 最終頁に続く			
(21) 出願番号 特願平7-330899	(71) 出願人 000001007 キヤノン株式会社	(71) 出願人 000001007 キヤノン株式会社	
(22) 出願日 平成7年(1995)12月5日	(72) 発明者 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 稲葉 功二	(72) 発明者 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 稲葉 功二	
(31) 優先特許主張番号 特願平6-322298	(72) 発明者 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 石山 幸雄	(72) 発明者 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 石山 幸雄	
(32) 優先日 平6(1994)12月5日	(72) 発明者 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 中村 道雄	(72) 発明者 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 中村 道雄	
(33) 優先特許主張国 日本 (JP)	(74) 代理人 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内 代理士 豊田 善雄 (外1名)	(74) 代理人 代理士 豊田 善雄 (外1名) 最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 静電荷像現像用トナー

(57) 【要約】

【課題】 転写性及びクリーニング性に優れ、さらに、外周部の劣化の少ない多数枚用耐久性に優れている静電荷像現像用トナーを提供することにある。

【解決手段】 (a) 重量平均粒径1~9 $\mu$ mのトナー粒子と、(b) 平均粒径10~90nmの疎水化された無機微粉末と、(c) 疎水化されたケイ素化合物微粉末とを少なくとも含有する静電荷像現像用トナーであり、疎水化されたケイ素化合物微粉末は、平均粒径が30~120nmであり、粒径5~30nmのケイ素化合物粒子を15~45個数%含有し、粒径30~60nmのケイ素化合物粒子を30~70個数%含有し、粒径60nm以上のケイ素化合物粒子を5~45個数%含有していることを特徴とする静電荷像現像用トナーである。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a) 重量平均粒径1~9 $\mu$ mのトナー粒子と、(b) 平均粒径10~90nmの疎水化された無機微粉末と、(c) 疎水化されたケイ素化合物微粉末とを少なくとも含有する静電荷像現像用トナーであり、疎水化されたケイ素化合物微粉末は、平均粒径が30~120nmであり、粒径5~30nmのケイ素化合物粒子を15~45個数%含有し、粒径30~60nmのケイ素化合物粒子を30~70個数%含有し、粒径60nm以上のケイ素化合物粒子を5~45個数%含有していることを特徴とする静電荷像現像用トナー。

【請求項2】 トナー粒子は、形状係数SF-1が1.00~1.50であり、形状係数SF-2が1.00~1.40である請求項1に記載のトナー。

【請求項3】 トナー粒子は、形状係数SF-1が1.00~1.40であり、形状係数SF-2が1.00~1.30である請求項2に記載のトナー。

【請求項4】 トナー粒子は、形状係数SF-1が1.00~1.30であり、形状係数SF-2が1.00~1.25である請求項3に記載のトナー。

【請求項5】 トナー粒子は、重量平均粒径2~8 $\mu$ mを有する請求項1乃至4のいずれかに記載のトナー。

【請求項6】 疎水化されている無機微粉末は、平均粒径20~80nmを有する請求項1乃至5のいずれかに記載のトナー。

【請求項7】 疎水化されている無機微粉末は、酸化チタン、酸化アルミニウム、チタン酸ストロンチウム、酸化セリウム、酸化マグネシウム、塩化ケイ素、炭化ケイ素、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、炭酸カルシウム及びフッ化カーボンからなるグループから選択される材料から形成されている微粉末である請求項1乃至6のいずれかに記載のトナー。

【請求項8】 疎水化されている無機微粉末は、疎水化されている酸化チタン微粉末である請求項1乃至6のいずれかに記載のトナー。

【請求項9】 トナー粒子は、重合性単量体、離型剤及び着色剤を少なくとも含有している重合性単量体組成物を水系媒体中で重合することによって得られたトナー粒子を有する請求項1乃至8のいずれかに記載のトナー。

【請求項10】 トナー粒子は、結着樹脂、離型剤及び着色剤を少なくとも含有している請求項9に記載のトナー。

【請求項11】 トナー粒子は、結着樹脂1.00重量部に対して離型剤1.0~4.0重量部を含有している請求項9又は10に記載のトナー。

【請求項12】 トナー粒子は、形状係数SF-1が1.00~1.50であり、形状係数SF-2が1.00~1.40である請求項11に記載のトナー。

【請求項13】 トナー粒子は、形状係数SF-1が1.00~1.40であり、形状係数SF-2が1.00~1.30

0である請求項12に記載のトナー。

【請求項14】 トナー粒子は、形状係数SF-1が1.00~1.30であり、形状係数SF-2が1.00~1.20である請求項13に記載のトナー。

【請求項15】 トナー粒子は、重量平均粒径が2~8 $\mu$ mであり、疎水化されている無機微粉末は、平均粒径が20~80nmである請求項9乃至14のいずれかに記載のトナー。

【請求項16】 トナー粒子100重量部に対して、疎水化されている無機微粉末が0.05~3.5重量部含有され、疎水化されているケイ素化合物微粉末が0.05~1.5重量部含有されている請求項1乃至15のいずれかに記載のトナー。

【請求項17】 疎水化されているケイ素化合物微粉末は、疎水化されているシリカ微粉末又はシリコン樹脂微粉末である請求項1乃至16のいずれかに記載のトナー。

【請求項18】 離型剤は、パラフィンワックス、ポリオレフィンワックス、高級脂肪酸、高級脂肪族金属塩、長鎖アルキルアルコール、アミドワックス、エステルワックス及びポリメチレンワックスからなるグループから選択される化合物である請求項9乃至17のいずれかに記載のトナー。

【請求項19】 疎水化されているケイ素化合物微粉末は、粒径30~60nmの粒子が45~70個数%含有されている請求項1乃至18のいずれかに記載のトナー。

【請求項20】 疎水化されているケイ素化合物微粉末は、粒径30~60nmの粒子が50~70個数%含有されている請求項19に記載のトナー。

【請求項21】 疎水化された無機微粉末は、炭素質電極の絶対値が45mC/kg以下であり、疎水化されたケイ素化合物微粉末は、炭素質電極の絶対値が50~300mC/kgである請求項1乃至20のいずれかに記載のトナー。

【請求項22】 疎水化された無機微粉末は、炭素質電極の絶対値が30mC/kg以下であり、疎水化されたケイ素化合物微粉末は、炭素質電極の絶対値が70~250mC/kgである請求項21に記載のトナー。

【請求項23】 疎水化された無機微粉末は、疎水化度が20~80%であり、疎水化されたケイ素化合物微粉末は、疎水化度が30~80%である請求項1乃至22のいずれかに記載のトナー。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】 本発明は、電子写真法又は静電記録法に用いられる静電荷像現像用トナーに関する。

[0002]

【従来の技術】 電子写真法としては米国特許第2,297,691号明細書、特開昭42-23910号公報及

7,691号明細書、特開昭42-23910号公報及

(P)









るのが好ましい。

【0072】トナー粒子が熔融混練—粉碎—分級法で生成される場合には、トナー粒子の形状係数 $SF-1$ 及び $SF-2$ を照及び/又は機械的衝撃力によって、100に近づけることが好ましい。

【0073】前述の電解質の溶解度パラメータ値（SP値）は、7.5～9.7の範囲であることが好ましい。SP値が7.5未満の示す結晶性は、用いるバイナリ樹脂の相溶性を向上し結果的にバイナリ樹脂中への良好分散が得られにくく、多数枚層板において電解質の現像スリープの付着が生じやすく、トナーの帯電抵抗が低下しやすくなる。更に地加ガリ、トナー層の侵蝕現象も起こりやすくなる。SP値が9.7を超える場合には、トナーを基質溶媒とした際、トナー樹脂層との相溶性が生じやすくなる。更にバイナリ樹脂層のブロッキングが生じやすくなる。更にバイナリ樹脂層との相溶性が生じすぎるため定時製板において一定部材トナーコート現象を起しやすくなる。

【0074】SP値は、離型剤を構成する原子団の加成性を利用したFedorsの方法[Polym. Eng. Sci., 14(2)147(1974)]を用いて算出する方法が挙げられる。

【0075】電型剤の溶解粘度は、HAAKE社製VP-500にてコンプレート型ローター（PK-1）を用い130℃にて測定する方法において、130℃における溶解粘度は1~300cPsであることが好まし

く、更に好ましくは3~50cPsを有する離型剤が特に好ましい。1cPsより低い溶解粘度を有する場合は、一成分現象方式でブレード等によりスリープにトナ一層を降着コーティングする際、機械的なズリ力により

スリープ汚染を招きやすい。二成分現象法においてもキャリヤーを用いたナーを現像する際においてトナーとキャリヤー間のズリ力によりダメージを生じやすく、外添剤の埋没、トナー粒子破壊等が生じやすい。300℃

用  $P_s$  を超える溶解粘度を有する場合には、重合方法を用いてトナー粒子を製造する際、モノマー組成物の粘度が高すぎ、均一な粒徑を有する微小粒徑のトナー粒子を得ることが容易でなく、粒度分布の広いトナー粒子となりやすい。

100761 離型剤の硬度は0.3~5.0の範囲が好ましく、更に好ましいビツカース硬度は0.5~3.0が特に有効である。

【0077】糊剤の硬度測定は、例えば鳥獣ダイナミクスメータ（株式会社島津製作所製）を用いて測定法が定められている。測定条件は、ビッカース圧子を用い、5 g 荷重下で、6.7 mg、7 mg の負荷速度にて40.0 μm、5.0 μm の深さまで、1.5 秒保持させたサンプル上に付した打痕を、5 mm 間の柱状に成型して用いる。サンプルを、5 mm 間の柱状に成型して用いる。

【0078】ビットカーネル度が0.3より低い離型剤を含有した樹脂シート一式では、多数枚複製において複製上のクレープ、表面の凹凸、色むら、感光が顕著に発生しやすくなる。さらに、画像がブレンを多重重ねて保存した際、複製面上に定着した樹脂シート像が再生しやすく好ましくない。ビットカーネル度が0.5を超えた離型剤を含有した樹脂シート一式では、加熱定着時に用いる定着器に必要な以上の加圧力を必要とし、好ましくない。

【0079】次に、トナー粒子の流動性向上剤としての機能を有する平均粒径10～90nmの疎水化された無機微粉末について説明する。

〔10080〕 酸化された無機粉末の固体としては、酸化チタン、酸化アルミニウム、チタン酸ストロンチウム、酸化セリウム、酸化マグネシウム等の金属酸化物、炭化ケイ素の如き導体；炭化ケイ素の如き半導体；炭化カルシウム、炭化バリウム、炭化カルシウムの如き絶縁体；フッ化カルシウムなどが挙げられる。このうち、酸化チタンが最も好ましいものであり、酸化チタンと炭化ケイ素の混合体としては、チタンハロゲン化合物やチタンの溶媒法としては、チタンハロゲン化合物やチタンの溶媒法とを兼ね備える方法などが挙げられる。酸化チタンは、結晶性（アナターゼ型、ルチル型）、非結晶性（アモルファス型）の二つに分けられ、結晶性（アナターゼ型）のものが最も好ましい。

【0081】無機微粉体の疎水化処理法としては、湿式法又は乾式法のいずれでも良い。

【0082】緑水化物としては、ランカップリング剤、チタン系カップリング剤、アルミニウム系カップリング剤、ジルコニウム系カップリング剤、シリコーンオイルが挙げられる。特に好ましく用いられるのは、ランカップリング剤であり、一般式

$R_mSiY_n$  [式中、Rはアルコキシ基を示し、Yはアルキル基、ヒニル基、グリンドキシ基、メタクリル基の如き炭化水素基を示し、mは1~3の整数を示し、nは1~3の整数を示す。]

n : 1 ~ 3 の整数  
で表わされるものが挙げられる。シタンカップリング剤  
の中でも特に、モノアルキルトリアルコキシシタンカッ  
プリング剤が好ましい。

【0083】 シェンカッパリング類の具体例としては、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、γ-メタクリロキシプロピルトリエトキシシラン、γ-ベンジルアセトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、プロピルトリメトキシシラン、プロピルトリエトキシシラン、ブチルトリメトキシシラン、ブチルトリエトキシシラン、イソブチルトリメトキシシラン、イソブチルトリエトキシシラン、ジブチルトリエトキシシラン、ジブチルジメトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、リメチルメトキシシラン、ヒドロキプロピルトリメチルメトキシシラン、

トリメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、  
n-オクタデシルトリメトキシシラン、n-オクタデシル  
トリメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、  
トリメトキシシラン、n-ブチルトリメトキシシラン、  
n-オクチルトリメトキシシラン等が挙げられる。

【0084】該水化物の処理量は、無機酸を100重量部に対して、1～50重量部、より好ましくは3～40重量部が好ましく、処理量が1重量部未満では該水化物の劣化が早く、処理量が50重量部を超えると、該水性が減りすぎて、低湿下でナトリウムの荷電安定性が低下する。また、粗大で一次粒子の凝集を抑制し、低湿下でナトリウムの荷電安定性が低下し、一次粒子の凝集を抑制し、低湿下でナトリウムの荷電安定性が低下する。

【0085】疎水化された無機微粉末の平均粒径は、走査型電子顕微鏡（日立製作所社）により無機微粉末の5万倍の写真を撮り、LUZEX III（ニレコ社製）により粒径5 $\mu\text{m}$ 以上の100個以上の粒子の直径を測定し、平均値を求める。

【0086】疎水化された無機微粉末は、疎水化度が20～80%（より好ましくは35～80%）が良い。疎

水化度は、供試粉末0.2gを三角フラスコ中の水60ml中に添加し、メタノールをビュレットから微粉0.01mlずつ追加しながら攪拌する。この際フラスコ中の水は全量メタノールに置換されるまで減らす。その際、溶液は常にメタノール中で攪拌する。その終点は、粉末末の全量メタノール中に懸濁されることにより観察され、疎水化度（疎水性）に達した際のメタノール及び水の溶液混合物中のメタノールの百分率として表される。

【0087】 熟水化度が20%未満の場合には、荷重下での長期放置により、トナーの帯電量が低下しやすい。熟水化度が80%を超えると、微粉自身の荷重コントロールが難しくなり、結果として、低湿度下でトナーがチャージアップしやすくなる。

【008】疎水化された無機炭粉末は、鉄粉キャリアを用いて測定した摩擦帯電量の絶対値が $45\text{ mC/kg}$ 以下（より好ましくは、 $30\text{ mC/kg}$ 以下）であることが、小粒徑トナーの帯電量の安定性の点で好ましい。

【0089】 疎水化された無機微粉末の導電帯電量は、疎水化された無機微粉末2重量部と炭粉キャリア（例えば、バウダーテック株式会社製炭粉キャリアEFV-2300/300）98重量部とをポリエチレン容器に入れ、300〜400回と回した後、後述のトナーの導電帯電量の測定と同様にして測定される。

【0090】さらに、疎水化された無機微粉末は、遊離ガスを用いて測定したBET比表面積が100~300  $\text{m}^2/\text{g}$ を有することが、トナー粒子の流動性を効率的に高める上で好ましい。

【0091】本発明における疎水化された無機微粉末は、トナー粒子100重量部に対し、0.05～3.5重量部、より好ましくは0.1～2.0重量部使用すること  
が好ましい。添加量が0.05重量部未満の場合には、

トナナ一粒子に対する流動性付与性が低下する。添加量が増えるにつれて、トナナ一粒子から遊離し、5重量部を超える場合には、トナナ一粒子の表面を汚染しやすくなる。結果としてトナナの帯電量の低下を招きやすい。

【0092】次に、上記疎水化された無機微粉末がトナリ粒子表面に埋没するのを防止又は抑制するために使用される、疎水化されたケイ酸化合物微粉末について説明する。

【0093】疎水化されているケイ素化合物微粉末の主体としては、シリカ微粉末又はシリコーン樹脂微粉末が好ましい。シリカ微粉末としては、シリカ以外の無機微粒子をコアとし、表面をシリカで構成した微粉体を使用しても良い。

【0094】シリカ微粉末の製造法としては、たとえばケイ素ハロゲン化合物の気相酸化やゾルゲル法が挙げられる。

【0095】ケイ素化合物の疎水化には、疎水化剤としては、シランカップリング剤及びシリコンオイルが好ましい。シランカップリング剤としては、ヘキサメチル

[illegible]

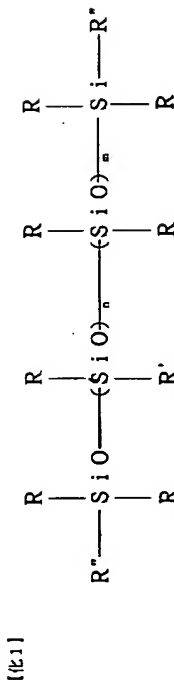
サメチルジシロキサン、1, 3-ジビニルチトラメチルジシロキサン、1, 3-ジフェニルチトラメチルジシロキサンが挙げられる。

【0096】疎水化されたナイロ化合物誘導体はアラスカの原油精製装置に付与するために、含窒素シランカップリング剤として使用しても良い。含窒素シランカップリング剤としては、アミノプロピルトリアキシルジアン、アミノプロピルトリエトキシラン、ジメチルアミノプロピルトリエトキシラン、ジブチルアミノプロピルトリエトキシラン、ジプロピルアミノプロピルトリエトキシ

シラン、ジブチルアミノプロピルトリメトキシシラン  
セノルミアミプロピルトリメトキシシラン、ジオク  
チルミアミプロピルトリメトキシシラン、ジブチル  
プロピルジメトキシシラン、ジブチルミアプロピル  
モノメトキシシラン、ジメチルミノフェニルトリエ  
タシラン、トリメトキシシリル-γ-プロピルアヘニ  
スミン等が挙げられる。

【0097】シリコンオイルとしては、次の式で示されるものが挙げられる。

【0098】



[0099] 式中、RはC<sub>1</sub>~C<sub>3</sub>のアルキル基を示し、

R'はアルキル、ハロゲン置換アルキル、フェニル、変

性フェニルの如きシリコン置換基を示し、R''

はC<sub>1</sub>~C<sub>3</sub>のアルキル基又はアルコキシ基を示す。

[0100] 例えば、ジメチルシリコンオイル、アル

キル置換シリコンオイル、α-メチルメタクリレート、

シリコンオイル、クロロフェニルシリコンオイル、フ

ッセンシリコンオイルが挙げられる。上記シリコ

ンオイルは、25℃における粘度が50~100センチ

ストークスのものが好ましく用いられる。

[0101] 疎水化されたケイ素化合物粉末は、疎水

性とプラスの電荷特性を付与するために含置シリ

コンオイルを使用しても良い。

[0102] 図3に示す疎水性シリカ微粉を具

有するシリコンオイルは、下記式で表わされる部

分構造式で表わされる。

[0103]

[化2]

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

-Si-O-

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

R<sub>1</sub> R<sub>2</sub> R<sub>3</sub>

子を4.2個数%含有し、粒径60nm以上のシリカ粒子を3.9個数%含有している。

[0112] 疎水性シリカ微粉末(A)及び(B)の如き疎水化されたケイ素化合物粉末は、流動性向上剤がトナー粒子表面に埋設されるのを良好に防止し、さら

に、乾加工工程でのトナー画像の転写率を高め、クレーニ

ング工程での残留小粒トナー粒子の静電保持特性から

の除去を良好に行うことができる。上記効果は、ケイ素

化合物粉末がトナー粒子表面に埋設されにくく、粗粒子がスベ

リとして機能するためと推察される。さらに、流動性

向上剤よりも導電帯電量の絶対値が大きい疎水化された

ケイ素化合物粉末を使用する場合には、流動性向上剤

よりもより密着してトナー粒子上に存在し、流動性向上

剤のトナー粒子表面への埋設をさらに良好に防止し得

る。

[0113] これに対し、図3に示す疎水性シリカ微粉

末(C)は、平均粒径が16nmであり、BET比表面積が

130m<sup>2</sup>/gであり、疎水化度が2.8%であり、導電帯電量が

-200mC/kgであり、粒径5~30nmのシリカ粒子を100個数%含有している。

[0114] さらに、図4に示す疎水性シリカ微粉末

(D)は、平均粒径が12nmであり、BET比表面積が

200m<sup>2</sup>/gであり、疎水化度が2.3%であり、導電帯電量が

-210mC/kgであり、粒径5~30nmのシリカ粒子を100個数%含有している。

[0115] 疎水性シリカ微粉末(C)及び(D)は、

粒度分布がシャープであり、粗い粒子をほとんど含んでいないが、疎水

流動性向上剤として使用されているものであるが、疎水

性シリカ微粉末(C)及び(D)をトナー粒子に添加し

ても疎水化された無機微粉末のトナー粒子への埋設の防

止効果は極めて少ないものである。

[0116] 疎水化されたケイ素化合物粉末は、流動

性向上剤として機能する疎水化された無機微粉末のトナ

ー粒子表面への埋設をより良好に防止するために、塗料

ガスを用いて測定したBET比表面積が80m<sup>2</sup>/g以下(より好ましくは、70m<sup>2</sup>/g以下)であり、導電

キャリアに対する導電帯電量の絶対値が50~300mC/kg(より好ましくは、70~250mC/kg)がよい。

[0117] 本発明における疎水化された無機微粉末と

疎水化されたケイ素化合物粉末との使用の効果は、ト

ナー粒子の形状係数SF-1及びSF-2の値が100

に近づくと、より顕著になる。

[0118] 本発明のトナーは、通常一成分及び二成分

系現像剤として使用できる。一成分系現像剤として、

磁性体をトナー粒子中に含有せしめた磁性トナーの場合

には、現像スリーブ中に内蔵せしめたマグネットを利用

し、磁性トナーを搬送及び帯電せしめる方法がある。磁

性を含有しない非磁性トナーを用いる場合には、ブレード又はローラを用い、現像スリーブにて強制的に帯電しスリーブ上にトナーを付着せしめることで搬送せしめる方法がある。

[0119] 二成分系現像剤として用いる場合には、本発明のトナーと共に、キャリアを用い現像剤として使用する。磁性キャリアとしては、鉄、銅、亜鉛、ニッケル、コバルト、マンガン、クロム元素からなる元素単独又は複合フェライト状態の微細構造(たとえば表面凹凸性)形状として、球状、扁平又は不定形がある。更に磁性キャリア粒子表面状態の微細構造(たとえば表面凹凸性)をもコントロールすることが好ましい。一般的には、上記無機微粉末を修飾、造粒することにより、あらかじめ、磁性キャリアコア粒子を生成した後、樹脂にコーティングする方法が用いられている。磁性キャリアのトナ

ーへの負荷を軽減する意味合いから、無機微粉末と樹脂を混練後、粉砕、分級して低密度分散キャリアを得る方法を、さらに、直接無機微粉末とモノマーとの混合物を水系媒体中に懸濁重合せしめ真球状の磁性キャリアを得る方法も利用することが可能である。

[0120] 上記キャリア粒子の表面を樹脂で被覆する被覆キャリアは、特に好ましい。その方法としては、樹脂を溶剤中に溶解もしくは懸濁せしめて塗布しキャリアに付着せしめる方法、炭に樹脂粉末とキャリア粒子とを混合して付着させる方法が適用できる。

[0121] キャリア粒子表面への無機物質としてはトナー材料により異なるが、例えばポリトラフルオロエチレン、モノクロトリフルオロエチレン重合体、ポリフッ化ビニリデン、シリコン樹脂、ポリエステル樹脂、ステレン系樹脂、アクリル系樹脂、ポリアシッド、ポリビニルブタレート、アミノアクリレート樹脂などが挙げられる。これらは本発明は複数が用いられる。

[0122] キャリアの磁性特性は以下のものがよい。磁気的に飽和させた後の1000エルステッドにおける磁化の強さ(σ<sub>1000</sub>)は30乃至300emu/cm<sup>3</sup>であることが必要である。さらに高品質化を達成するために、好ましくは100乃至250emu/cm<sup>3</sup>であることがよい。300emu/cm<sup>3</sup>より大きい場合には、高品質なトナー画像が得られにくくなる。30emu/cm<sup>3</sup>未満であると、磁気的な拘束力が減少するた

めにキャリア付着を生じやすい。

[0123] キャリア形状は丸さの度合いを示すSF1が180以下、凹凸の度合いを示すSF2が250以下であることが好ましい。なお、SF-1、SF-2は以下の式にて定義され、ニレックス社のLVZEX 111にて測定される。

[0124]

[数5]





【0172】さらに、モノカラートナー又はフルカラー用トナーの場合には、オイル散布機構のない黒ローラ外周に、キヤノン製フルカラー複写機CUC-500の定着器を用い、若干のオイルを均一に定着ローラに塗布（例えば0.02g/A4サイズ）し、定着性、耐オフセット性の評価をし、かつ、透明性の評価のための定着画像を得る。

【0173】この時のローラ材質としては、上部ローラ、下部ローラ共にフッ素樹脂又はゴム製の表面層を有するものを使用する。

【0174】黒ローラ外部定着機として、ローラ直径が約60mmの上部ローラ及び下部ローラを有するものを使用し、定着条件としては、転写材がSK紙（日本製紙社製）の場合にはニップ6.5mm、プロセススピード105mm/secとし、80℃〜230℃の温度範囲内で5℃おきに温度をかけて行う。

【0175】転写材が例えばOHPシート（商品名CG3300、3M社製）の場合には、ニップ6.5mm、プロセススピード2.5mm/secとし、温度150℃で定着をおこなう。

【0176】定着性は、定着画像（低温オフセットした画像も含む）を50g/cm<sup>2</sup>の荷重をかけシムホン紙（Lenz Cleaning Paper "dasei per (R)" (Ozu Paper Co. Ltd.）で10回擦り、擦り前後の濃度低下率が10%未満になる温度を定着開始点とする。

【0177】耐オフセット性は、目視でオフセットの度なくなる温度を低温オフセット始点とし、温度を上げ、オフセットのない最高温度を高温オフセット終点とする。

【0178】2) 耐ブロッキング性について  
耐ブロッキング性はトナーを5g採取し、50℃のポリエチレン製カップ中へ入れた後、40、45、50℃に保通してある乾燥皿に2日間放置した後、トナーが凝集しているか否かを目視により確認した。凝集していなければ「○」とし、していれば「×」と表すこととする。

【0179】3) グリーニング性、面質について  
外溶剤を適量外装し、トナーを調製し、次いで現像剤を調製した後、22℃/60%の湿度下（これ以降、常温/常湿下と称す。）において、市販の複写機キヤノン製フルカラー複写機CUC-500を用い、5枚耐久試験を行い、グリーニング性と面質を目視にて評価する。  
【0180】グリーニング性は、グリーニング不良が若干でも発生した時点の耐久枚数を表示する。面質は、ボロン抜け（ベタ感定着画像に、所タナー染り量が少ない）白く抜けたようになる現象をいう。）が若干でも発生した時点の耐久枚数を表示する。

【0181】4) 三原色の帯電量について  
各原色の帯電量は以下の環境条件下にトナー及びキヤ

有抵抗値をより小さく設定することで転写ローラへの印加電圧が軽減でき、転写材上に良好なトナー像を形成できると共に転写材の中間転写体への巻き付きを防止することができ、特に中間転写体の弾性層の体積固有抵抗値が転写ローラの弾性層の体積固有抵抗値より10倍以上であることが特に好ましい。

【0164】中間転写体及び転写ローラの硬さは、JIS K-6301に準拠して測定される。本発明に用いられる中間転写体は、10〜40度の範囲に属する弾性層から構成されることが好ましく、一方、転写ローラの弾性層の硬さは、中間転写体の弾性層の硬さより硬く41〜80度の値を有するものが中間転写体への転写材の巻き付きを防止する上で好ましい。中間転写体と転写ローラの硬度が逆になると、転写ローラ側に凹陥が形成され、中間転写体への転写材の巻き付きが発生しやすい。

【0165】転写手段77は中間転写体75と等速度又は同速度に巻回して回転させる。転写材6は中間転写体75と転写手段77との間に搬送されると同時に、転写手段77にトナーが有する導電層と逆極性のバイアスを転写バイアス手段から印加することによって中間転写体75上のトナー像が転写材76の表面面に転写される。

【0166】転写用転写材の材質としては、帯電ローラと同様のものも用いることができる。好ましい転写のプロセス条件としては、ローラの当接圧が5〜500g/cm<sup>2</sup>、直流電圧が±0.2〜±10kVである。

【0167】例えば、転写ローラの導電性弾性層77bはカーボン等の導電材を分散させたポリウレタン、エポキシ樹脂、シリコン樹脂、シリコン樹脂（EPM）等の体積抵抗10<sup>6</sup>〜10<sup>10</sup>Ωcm程度の弾性体でつくられていて、芯金77aには定電圧電源によりバイアスが印加されている。バイアス条件としては、±0.2〜±10kVが好ましい。

【0168】次いで転写材76は、ハロゲンシールド等の導電性を内蔵させた加熱ローラとこれと押圧力をもって圧接された弾性体の加熱ローラとを基本構成とする定着手段81へ搬送され、加熱ローラと加熱ローラ間を通過することによってトナーが転写材に加熱圧定着される。フィルムを介してヒータにより定着する方法を用いてもよい。

【0169】後述する実施例における定着性、耐オフセット性、耐ブロッキング性、グリーニング性、三原色下のトナーの帯電量、画像濃度変化及び面質劣化の評価方法を、以下に説明する。

【0170】1) 定着性、耐オフセット性について  
トナーの未定着画像は、市販の複写機によって作成する。

【0171】トナーが、黒トナーの場合には、オイル塗布機構のない黒ローラ外部定着器によって、定着性及び耐オフセット性の評価をする。

【0146】次に、図7を参照しながら、他の画像形成方法はより具体的に説明する。  
【0147】図7に示す装置システムにおいて、現像器74-1、74-2、74-3、74-4に、それぞれシアートナーを有する現像剤、マゼンタトナーを有する現像剤、イエロートナーを有する現像剤及びブラックトナーを有する現像剤が導入され、磁気ブラシ現像方式又は静電方式で現像によって感光体71に形成された帯電像を現像し、各色トナー像が感光体71上に形成される。感光体71はa-Se、CdS、ZnO<sub>2</sub>、OPC、a-Siの様な光導電絶縁物質層を持つ感光ドラムもしくは感光ベルトである。感光体71は図示しない駆動装置によって矢印方向に回転される。

【0148】感光体71として、アモルファスシリコン感光層、又は有機系感光層を有する感光体が好ましく用いられる。

【0149】有機感光層としては、感光層が電荷発生物質及び電荷輸送性を有する物質を同一層に含有する一層型でもよく、又は、電荷輸送層を電荷発生層と分とする層分離型感光層であってもよい。導電性基体上に電荷発生層、次いで電荷輸送層の順で積層されている構造の層分離型感光層は好ましい例の一つである。

【0150】有機感光層の粘着樹脂はポリカーボネート樹脂、ポリエステル樹脂、アクリル系樹脂が特に、転写性、グリーニング性が良く、グリーニング不良、感光体へのトナーの融着、外溶剤のフィルムが起りにくい。

【0151】電荷工程では、コロナ帯電器を用いる感光体71とは接触である方式と、ローラ等を用いる接触型の方式がありいずれのものも用いられる。均質的な一帯電、シンプル化、磁気発生化のために図7に示す如く接触方式のものが好ましく用いられる。

【0152】帯電ローラ72は、中心の芯金72bとそその外周を形成した導電性弾性層72aとを基本構成とするものである。帯電ローラ72は、感光体71面に押圧力をもって圧接され、感光体71の回転に伴い接触回転する。

【0153】帯電ローラを用いた時の好ましいプロセス条件としては、ローラの当接圧が5〜500g/cm<sup>2</sup>で、直流電圧に交流電圧を重ねたものを用いた時には、交流電圧=0.5〜5kVpp、交流周波数=50Hz〜5kHz、直流電圧=±0.2〜±1.5kVであり、直流電圧を用いた時には、直流電圧=±0.2〜±5kVである。

【0154】この他の帯電手段としては、帯電ブレードを用いる方法や、導電性ブラシを用いる方法がある。これらの接触帯電手段は、電圧が必要にならな

【0155】接触帯電手段としての帯電ローラ及び帯電

【0146】次に、図7を参照しながら、他の画像形成方法はより具体的に説明する。  
【0147】図7に示す装置システムにおいて、現像器74-1、74-2、74-3、74-4に、それぞれシアートナーを有する現像剤、マゼンタトナーを有する現像剤、イエロートナーを有する現像剤及びブラックトナーを有する現像剤が導入され、磁気ブラシ現像方式又は静電方式で現像によって感光体71に形成された帯電像を現像し、各色トナー像が感光体71上に形成される。感光体71はa-Se、CdS、ZnO<sub>2</sub>、OPC、a-Siの様な光導電絶縁物質層を持つ感光ドラムもしくは感光ベルトである。感光体71は図示しない駆動装置によって矢印方向に回転される。

【0148】感光体71として、アモルファスシリコン感光層、又は有機系感光層を有する感光体が好ましく用いられる。

【0149】有機感光層としては、感光層が電荷発生物質及び電荷輸送性を有する物質を同一層に含有する一層型でもよく、又は、電荷輸送層を電荷発生層と分とする層分離型感光層であってもよい。導電性基体上に電荷発生層、次いで電荷輸送層の順で積層されている構造の層分離型感光層は好ましい例の一つである。

【0150】有機感光層の粘着樹脂はポリカーボネート樹脂、ポリエステル樹脂、アクリル系樹脂が特に、転写性、グリーニング性が良く、グリーニング不良、感光体へのトナーの融着、外溶剤のフィルムが起りにくい。

【0151】電荷工程では、コロナ帯電器を用いる感光体71とは接触である方式と、ローラ等を用いる接触型の方式がありいずれのものも用いられる。均質的な一帯電、シンプル化、磁気発生化のために図7に示す如く接触方式のものが好ましく用いられる。

【0152】帯電ローラ72は、中心の芯金72bとそその外周を形成した導電性弾性層72aとを基本構成とするものである。帯電ローラ72は、感光体71面に押圧力をもって圧接され、感光体71の回転に伴い接触回転する。

【0153】帯電ローラを用いた時の好ましいプロセス条件としては、ローラの当接圧が5〜500g/cm<sup>2</sup>で、直流電圧に交流電圧を重ねたものを用いた時には、交流電圧=0.5〜5kVpp、交流周波数=50Hz〜5kHz、直流電圧=±0.2〜±1.5kVであり、直流電圧を用いた時には、直流電圧=±0.2〜±5kVである。

【0154】この他の帯電手段としては、帯電ブレードを用いる方法や、導電性ブラシを用いる方法がある。これらの接触帯電手段は、電圧が必要にならな

【0155】接触帯電手段としての帯電ローラ及び帯電

アを一皿状設置した後、以下の方法により測定した。  
 【0182】高圧/高圧 (30℃/80%)、常圧/常  
 圧 (22℃/60%)、低圧/低圧 (15℃/10%)  
 の各条件下でブローオフ法に基づき、次の要領で帯電量  
 を測定した。

【0183】図10はトナー又は外添剤のトリボ電荷量  
 を測定する装置の説明図である。測定サブアプルがトナ  
 ーの場合を説明する。底に5.00mmのスクリーン1  
 03のある金属製の測定容器102に摩擦帯電量を測定  
 しようとするトナーとキャリアの重量比1:1.9の混合  
 物を50~100ml容量のポリエチレン製のビンに入  
 れ、5~10分間中で振盪し、乾燥混合物 (乾燥剤) 約  
 0.5~1.5gを入れ金属製のフタ104をする。こ\*  
 トナー (又は外添剤) の摩擦帯電量 (mC/kg) は、  

$$\frac{C \times V}{W_1 - W_2}$$

※製した、高速摩擦装置TK-ホモミキサーを備えた2リ  
 ットル用四つ口フラスコ中にイオン交換水710重量部  
 と0.1モル/リットル-Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>水溶液450重量  
 部を添加し回転数を1200rpmに調整し、65℃  
 に加温せしめた。ここに1.0モル/リットル-CaC  
 l<sub>2</sub>水溶液68重量部を徐々に添加し、微少な難水溶性  
 分散安定剤Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>を含む水系分散媒体を調整  
 した。一方、分散質系は、

【0186】5) 画像検度について  
 画像検度は、マクベス社製のマクベス色度計にて5回平  
 均し測定し、耐久時と後で、ベタ部 (画像検度=1。  
 5) 画像検度の変化値を算す。  
 【0186】

【実例1】以下実例に基づいて、本発明をより詳細に  
 説明する。

【0187】実例1

本実例1に用いるシアントナー粒子を、次の如くして調製

スチレン単量体  
 n-ブチルアクリレート単量体  
 シアン黄色剤 (C. I. ビグアントブルー-15:3)  
 油性樹脂  
 【顔料ポリエステル (テラフタル酸-プロピレノキサリド酸) 2重量部  
 ノールA、酸値15、ビーク分子重6000】  
 負荷電性制御剤 (ジアルキルサルチル酸金属化合物)  
 顔料剤 (エステルワックス)  
 (酸値69℃、ビッカース硬度1.5)

【0188】上記混合物をアトマイザーを用い3時間分  
 散させた後、重畳開始剤である2,2'-アゾビス  
 (2,4-ジメチルバレロニトリル) 10重量部を添加  
 した重畳性固体組成物を水系分散媒体中に投入し、回  
 転数12000rpmを維持しつつ15分間攪拌した。

その後高速摩擦装置からプロペラ攪拌槽に攪拌槽を変  
 え、内温を80℃に昇温させ50rpmで重畳を10分  
 間継続させた。重畳終了後スラリを希釈し、希薄物を  
 添加し分散安定剤を除去せしめた。更に乾燥し乾燥物  
 i、重量平均値が6μmであり、個数分布における変動  
 係数が27%であり、SF-1が104であり、SF-  
 2が108の電気抵抗性のシアントナー粒子を得た。得  
 られたシアントナー粒子の断面写真の模式図を図10に示  
 す。顔料剤であるエステルワックスが核層樹脂である外  
 殻樹脂 (Mw7万、Mn2万) で覆われた構造を示して

いた。

れなかった。さらに、5万枚の多量度耐久試験後に、現  
 像スリーブ上のシアントナーを採取し、電子顕微鏡によ  
 りシアントナー粒子表面を観察したところ、疎水性酸  
 化チタン微粒子の無機微粉末 (a-1) と疎水性シリカ  
 微粒子のケイ素化合物微粉末 (A) がトナー粒子表面に  
 存在しており、劣化したトナー粒子は見い出されなかつ

た。  
 【0192】比較例1  
 実施例1と同様に調製したシアントナー粒子に、表  
 1に示す疎水化された無機微粉末 (a-1) と表2及び  
 3に示す疎水化されたケイ素化合物 (C) とを混合して  
 シアントナーを調製した。得られたシアントナーを用  
 して実施例1と同様にして電圧プラズマ二成分系現像剤  
 を調製し、実施例1と同様にして評価結果を行った。評  
 価結果を表4に示す。

【0193】比較例1のシアントナーは、実施例1のシ

アントナーと比較して転写性に劣り、OPC感光体表面

にフィリングが現生した。さらに、多量度耐久試験後

に、現像スリーブ上のシアントナーを採取し、電子顕

鏡により劣化したトナー粒子表面を観察したところ、ト

ナー粒子表面の外添剤の量が少ないトナー粒子が多数見

い出された。

【0194】比較例2

外添剤として表1に示す疎水化された無機微粉末 (b-

1) のみを使用する以外は、実施例1と同様にしてシア

ントナーを調製し、実施例1と同様にして評価結果を行

った。評価結果を表4に示す。

【0195】比較例3

外添剤として表1に示す疎水化された無機微粉末 (b-

1) と、表2及び3に示す疎水化されたケイ素化合物微

粉末 (C) とを使用する以外は、実施例1と同様にして

シアントナーを調製し、実施例1と同様にして評価結果

を行った。評価結果を表4に示す。

【0196】比較例4

外添剤として表2及び3に示す疎水化されたケイ素化合

物微粉末 (D) のみを使用する以外は、実施例1と同様

にしてシアントナーを調製し、実施例1と同様にして評

価結果を行った。評価結果を表4に示す。

【0197】比較例5

外添剤として疎水化された無機微粉末 (a-1) のみを

使用する以外は、実施例1と同様にしてシアントナーを

調製し、実施例1と同様にして評価結果を行った。評価

結果を表4に示す。

【0198】比較例6

外添剤として疎水化されたケイ素化合物微粉末 (A) の

みを使用する以外は、実施例1と同様にしてシアントナ

ーを調製し、実施例1と同様にして評価結果を行った。

【0199】比較例7

評価結果を表4に示す。

外添剤として疎水化されたケイ素化合物微粉末 (B) の

みを使用する以外は、実施例1と同様にして評価結果

を行った。評価結果を表4に示す。

【0200】比較例8

外添剤として疎水化されたケイ素化合物微粉末 (C) の

みを使用する以外は、実施例1と同様にしてシアントナ

ーを調製し、実施例1と同様にして評価結果を行った。

【0201】比較例9

外添剤として疎水化されたケイ素化合物微粉末 (D) の

みを使用する以外は、実施例1と同様にしてシアントナ

ーを調製し、実施例1と同様にして評価結果を行った。

【0202】比較例10

外添剤として疎水化された無機微粉末 (b-2) のみを

使用する以外は、実施例1と同様にしてシアントナーを

調製し、実施例1と同様にして評価結果を行った。評価

結果を表4に示す。

【0203】比較例11

外添剤として疎水化された無機微粉末 (b-3) のみを

使用する以外は、実施例1と同様にしてシアントナーを

調製し、実施例1と同様にして評価結果を行った。評価

結果を表4に示す。

【0204】比較例12

外添剤として疎水化されたケイ素化合物微粉末 (H) の

みを使用する以外は、実施例1と同様にしてシアントナ

ーを調製し、実施例1と同様にして評価結果を行った。

【0205】比較例13

外添剤として疎水化されたケイ素化合物微粉末 (I) の

みを使用する以外は、実施例1と同様にしてシアントナ

ーを調製し、実施例1と同様にして評価結果を行った。

【0206】比較例14

疎水化された無機微粉末 (a-1) と、表2及び3に示

す疎水化されたケイ素化合物微粉末 (B) を使用する以

外は、実施例1と同様にしてシアントナーを調製し、実

施例1と同様にして評価結果を行った。評価結果を表4

に示す。

【0207】実例3

疎水化された無機微粉末 (a-2) と、疎水化されたケ

イ素化合物微粉末 (E) を使用する以外は、実施例1と

同様にしてシアントナーを調製し、実施例1と同様にし

て評価結果を行った。評価結果を表4に示す。

【0208】実例4

疎水化された無機微粉末 (a-3) と、疎水化されたケ

イ素化合物微粉末 (F) を使用する以外は、実施例1と

同様にしてシアントナーを調製し、実施例1と同様にし

て評価結果を行った。評価結果を表4に示す。

【0209】実例5

外添剤として疎水化されたケイ素化合物微粉末 (B) の

みを使用する以外は、実施例1と同様にして評価結果

を行った。評価結果を表4に示す。

疎水化された無機微粉末 (a-4) と、疎水化されたケイ素化合物微粉末 (G) を使用する以外は、実施例 1 と同様にしてシアントナーを調製し、実施例 1 と同様にし\*

疎水化された無機微粉末	母体	平均粒径 (nm)	疎水化剤	疎水化剤の使用量 (注 1)	疎水化率 (%)	疎電の電圧 (mV/cm)	BBT 比表面積 (m <sup>2</sup> /g)
a-1	酸化チタン	51	7-フルオロ-1-トリメチルシリル	1.8	68	-1.5	105
a-2	アルミナ	47	7-フルオロ-1-トリメチルシリル	1.9	63	1.7	109
a-3	アルミナ	43	4-フルオロ-3-トリメチルシリル	2.1	59	2.0	102
a-4	アルミナ	21	4-フルオロ-3-トリメチルシリル	1.7	66	1.7	98
b-1	酸化チタン	49	7-フルオロ-1-トリメチルシリル	0.5	5	-1.8	110
b-2	アルミナ	44	4-フルオロ-3-トリメチルシリル	6.0	85	2.1	107
b-3	アルミナ	28	7-フルオロ-1-トリメチルシリル	1.2	57	0.8	97

(注 1) 母体 1.00 重量部に対する量 (重量部)

[0211]

※ [表 2]

疎水化されたケイ素化合物微粉末	母体	平均粒径 (nm)	疎水化剤	疎水化剤の使用量 (注 2)	疎水化率 (%)	BBT 比表面積 (m <sup>2</sup> /g)	粒度分布		
							粒径 5~30nm 粒子の含有量 (重量%)	粒径 30~60nm 粒子の含有量 (重量%)	粒径 60nm 以上粒子の含有量 (重量%)
(A)	珪素	40	4-フルオロ-3-トリメチルシリル	7	88	-170	28	60.5	11.5
(B)	珪素	53	4-フルオロ-3-トリメチルシリル	6	85	-180	19	42	39
(C) 比較例	珪素	16	9-フルオロ-3-トリメチルシリル	11	28	-200	100	0	0
(D) 比較例	珪素	12	9-フルオロ-3-トリメチルシリル	17	23	-210	100	0	0
(E)	珪素	15	9-フルオロ-3-トリメチルシリル	13	56	-185	45	50	5
(F)	珪素	11	9-フルオロ-3-トリメチルシリル	12	83	-180	65	30	5
(G)	珪素	43	9-フルオロ-3-トリメチルシリル	5+10	85	-185	25	61	14
(H) 比較例	珪素	41	4-フルオロ-3-トリメチルシリル	6	59	-175	24	30	46
(I) 比較例	珪素	500	4-フルオロ-3-トリメチルシリル	3	52	-185	0	1	99

(注 2) 母体 1.00 重量部に対する量 (重量部)

[0212]

[表 3]

粒径 (nm)	微粉体 (A)		微粉体 (B)		微粉体 (C)		微粉体 (D)	
	重量%	体積%	重量%	体積%	重量%	体積%	重量%	体積%
5.00~20.00	6.0	7.5	82.0	89.5				
20.00~30.00	22.0	11.5	11.0	0.5				
30.00~40.00	21.5	14.5	0	0				
40.00~50.00	19.0	14.0	0	0				
50.00~60.00	12.0	13.5	0	0				
60.00~70.00	6.5	13.0	0	0				
70.00~80.00	2.7	11.0	0	0				
80.00~90.00	0.5	9.0	0	0				
90.00~100.00	1.0	4.0	0	0				
100.00~110.00	0.5	1.0	0	0				
110.00~120.00	0.2	0.7	0	0				
120.00 以上	0.1	0.3	0	0				

[0213]

[表 4]





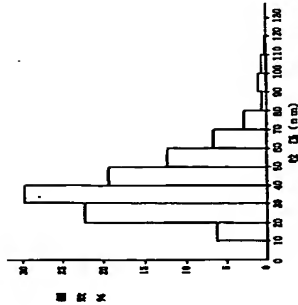


的説明図である。

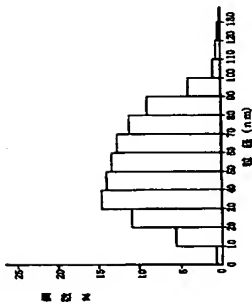
47

48

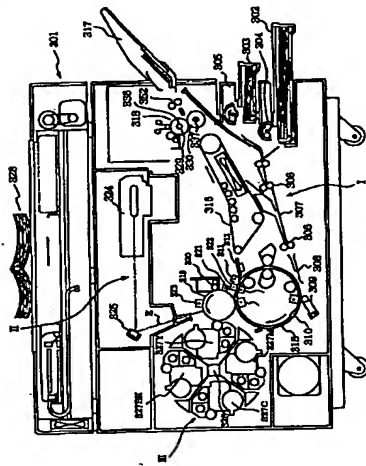
【図1】



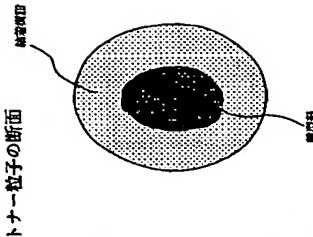
【図2】



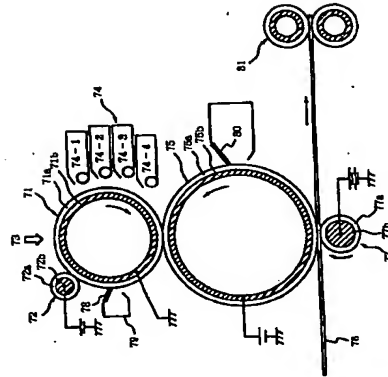
【図6】



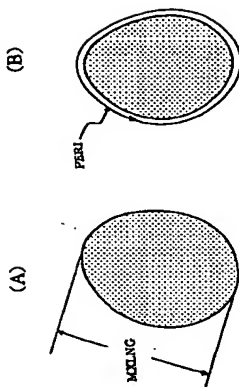
【図9】



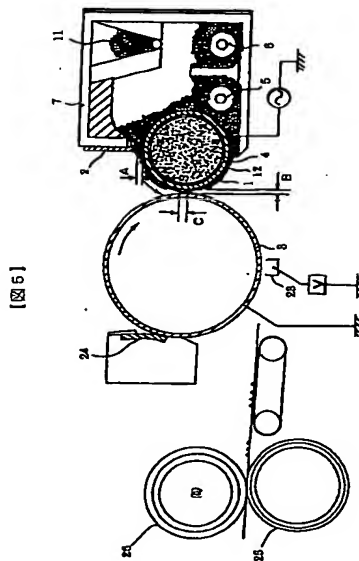
【図7】



【図8】

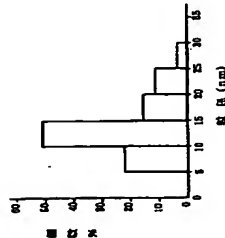


【図10】

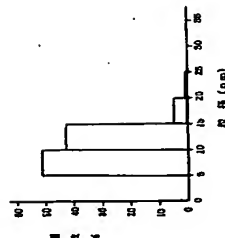


【図5】

【図3】



【図4】



特開平 8-227171

(27)

フロントページの続き

(51)Int.Cl. 6 識別記号 庁内整理番号 F I 3 8 4 技術表示場所  
G 0 3 G 9/08

(72)発明者 千瀬 勉彦  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内